

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>6</sup>:B01D 65/02, 61/22, C12G 3/08, C12H  
1/06

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 95/08386

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

30. März 1995 (30.03.95)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP94/03132

(22) Internationales Anmeldedatum:

17. September 1994  
(17.09.94)

(30) Prioritätsdaten:

P 43 32 175.5

22. September 1993 (22.09.93) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): SEITZ-  
FILTER-WERKE GMBH UND CO. [DE/DE]; Planinger  
Strasse 137, D-55543 Bad Kreuznach (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): STROHM, Gerhard  
[DE/DE]; Zöllerstrasse 18, D-55278 Dexheim (DE).  
SCHNIEDER, Georg [DE/DE]; Schulstrasse 14, D-55595  
Traisen (DE). HEPP, Wolfgang [DE/DE]; Carl-Goerdeler-  
Strasse 22, D-55232 Alzey (DE). DUCHEK, Paul [DE/DE];  
Bergstrasse 1, D-55595 Gutenberg (DE).(74) Anwälte: FUCHS, Jürgen, H. usw.; Postfach 4660, Abraham-  
Lincoln-Strasse 7, D-65189 Wiesbaden (DE).(81) Bestimmungsstaaten: JP, KR, US, europäisches Patent (AT,  
BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL,  
PT, SE).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: PROCESS AND DEVICE FOR FILTERING FLUIDS BY MEANS OF MF MODULES

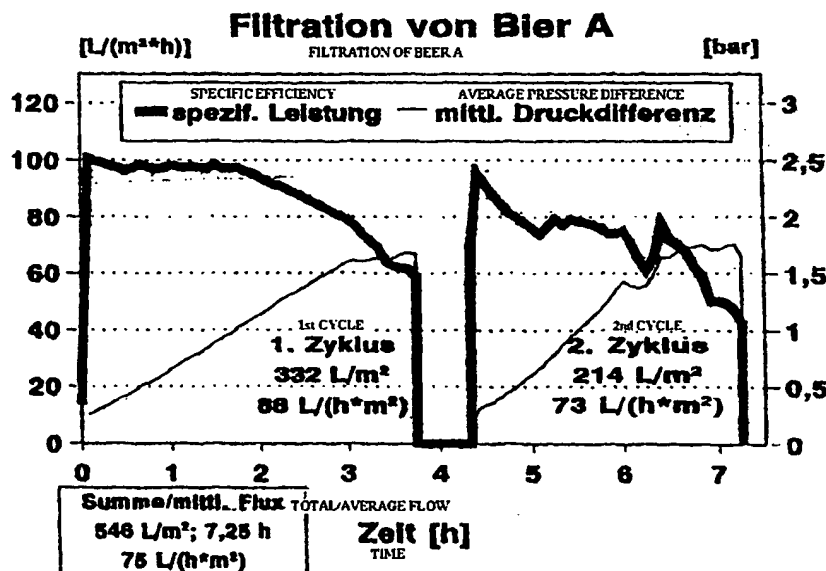
(54) Bezeichnung: VERFAHREN UND VORRICHTUNG ZUR FILTRATION VON FLÜSSIGKEITEN MITTELS MF-MODULEN

(57) Abstract

The description relates to a process for filtering fluids, especially heterodispersed fluids like beer, in which the cleaning cycle of the MF modules is performed whenever the trans-diaphragm pressure exceeds a predetermined value which is equal to the optimum trans-diaphragm pressure for the fluid to be filtered with respect to its analytical appearance. For filtering beer, this value is preferably set at 1.5 bar. The micro-filtration plant is fitted with a plurality of MF modules (5) arranged in series and parallel, a device for cleaning the MF modules (5) and a measuring device (3) to detect the trans-diaphragm pressure, which is connected to a control device (7) which interrupts the filtering process and initiates the cleaning cycle when the predetermined trans-diaphragm pressure is reached.

(57) Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Flüssigkeiten, wie Bier, beschrieben, bei dem der Reinigungszyklus der MF-Module immer dann durchgeführt wird, wenn der Transmembrandruck einen vorgegebenen Wert übersteigt, der gleich dem für die jeweils zu filtrierende Flüssigkeit hinsichtlich ihres analytischen Erscheinungsbildes optimalen Transmembrandruck gewählt wird. Dieser Wert wird bei der Filtration von Bier auf vorzugsweise 1,5 bar eingestellt. Die Mikrofiltrationsanlage ist mit mehreren in Reihe und parallel geschalteten MF-Modulen (5), einer Einrichtung zur Reinigung der MF-Module (5) und mit einer Meßeinrichtung (3) zur Erfassung des Transmembrandrucks ausgestattet, die an eine Steuereinrichtung (7) angeschlossen ist, die jeweils bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandrucks den Filtrationsvorgang unterbricht und den Reinigungszyklus in Gang setzt.



### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	GA	Gabon	MR	Mauretanien
AU	Australien	GB	Vereinigtes Königreich	MW	Malawi
BB	Barbados	GE	Georgien	NE	Niger
BE	Belgien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BJ	Benin	IE	Irland	PL	Polen
BR	Brasilien	IT	Italien	PT	Portugal
BY	Belarus	JP	Japan	RO	Rumänien
CA	Kanada	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SI	Slowenien
CI	Côte d'Ivoire	KZ	Kasachstan	SK	Slowakei
CM	Kamerun	LI	Liechtenstein	SN	Senegal
CN	China	LK	Sri Lanka	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
ES	Spanien	MG	Madagaskar	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	ML	Mali	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MN	Mongolei	VN	Vietnam

## Verfahren und Vorrichtung zur Filtration von Flüssigkeiten mittels MF-Modulen

### Beschreibung:

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Suspensionen wie Bier, mittels MF-Modulen, bei dem sich Filtrationszyklen und Reinigungszyklen abwechseln, wobei während der Filtration der Transmembrandruck laufend gemessen wird. Die Erfindung betrifft auch eine Mikro-Filtrationsanlage mit mehreren in Reihe und parallel geschalteten MF-Modulen, einer Einrichtung zur Reinigung der MF-Module und mit einer Meßeinrichtung zur Erfassung des Transmembrandrucks.

Obwohl das Filtrationsverfahren auf jegliche Flüssigkeiten anwendbar ist, steht die Klärung von Würze, Jungbier oder abgelagertem Bier im Vordergrund der Erfindung.

Die Filtration von Bier stellt in der Brauerei einen wichtigen Verfahrensschritt dar, um das Produkt den Verbrauchererwartungen gemäß zu produzieren. Hierzu wird heutzutage die Kieselgur- und Schichtenfiltration eingesetzt, die jedoch den Nachteil hat, daß bei diesem Prozeß in erhöhtem Maße zu entsorgende Filterhilfsmittel anfallen. Dies betrifft im wesentlichen die verwendete Kieselgur, deren Verbrauch weltweit bei ca. 150 000 t pro Jahr liegt. Der zu entsorgende Kieselgurschlamm hat einen Trockensubstanzgehalt von nur etwa 20 bis 25%, so daß die zu entsorgende Kieselgurschlamm-Menge mindestens das vierfache der o.g. Tonnage beträgt.

Die Entsorgung des Kieselgurschlammes verursacht große Umweltprobleme. Neben der durch den Kieselgurschlamm verursachten Instabilität der Deponien, stellen insbesondere die austretenden Sickerwässer des Kieselgurschlammes eine große Belastung der Umwelt hinsichtlich ihrer hohen BSB- und CSB-Werte dar.

Schon sehr früh suchte man nach Alternativen zu den traditionellen Klärverfahren. Als eine Alternative ist bereits die Crossflow-Technologie untersucht worden, die sich insbesondere im Weinbereich durchgesetzt hat. Diese Technologie konnte bisher im Brauereibereich noch nicht erfolgreich eingesetzt werden, was vor allem an der geringen spezifischen Flächenleistung und den analytischen Veränderungen des filtrierten Bieres im Verlauf mehrstündiger Filtrationen begründet ist.

Im Weinbereich hat man die Möglichkeit, durch Erwärmung der zu filtrierenden Weine die durchschnittliche Fluxrate bei der Crossflow-Filtration deutlich zu erhöhen, wie dies aus der DE 34 23 594 A1 bekannt ist. Werden die Produkte auf Temperaturen deutlich über 35°C erwärmt, kann die Leistung mit dem Crossflow-Verfahren auf das Doppelte angehoben werden. Diese Maßnahme ist im Bereich der Bierfiltration nicht möglich, da das Bier bei Temperaturen von -1 bis +3°C filtriert werden muß, damit kältelabile Substanzen, wie z.B. bestimmte Proteine nicht in Lösung gehen, welche später bei den Konsumenten eine Trübung des Bieres bewirken.

Die Bierfiltration gestaltet sich aufgrund der besonderen Inhaltsstoffe erheblich schwieriger als z.B. die Weinfiltration. Bier enthält neben grob dispersen Teilchen, wie z.B. Hefen, oder eventuell vorhandenen Bierschädlingen, noch kolloidale Bestandteile. Hierbei handelt es sich in erster Linie um hochmolekulare Verbindungen von Proteinen mit Kohlenhydraten, Gerbstoffen und Hopfenharzen. Als dritte Inhaltsstoffgruppe sind molekulardisperse Inhaltsstoffe zu nennen, mit einer Teilchengröße  $< 0,001 \mu\text{m}$ .

An das Verfahren der Bierfiltration werden nach G.E. Walla ("Die Crossflow-Mikrofiltration im Brauereibereich", Dissertation an der Technischen Universität München, Lehrstuhl für technische Mikrobiologie und Technologie der Brauerei, 1992, Seite 7) folgende Anforderungen gestellt:

1. Ausreichende chemisch-physikalische Stabilität der Filtrate,
2. keine negativen geschmacklichen Beeinträchtigungen der Produkte durch den Filtrationsprozeß,
3. biologische Stabilität der Filtrate,
4. Glanzfeinheit und blankes Filtrat; Erhaltung des CO<sub>2</sub>-Gehaltes.

Eine weitere Anforderung betrifft das chemisch-analytische Erscheinungsbild der Filtrate. Dieses darf nur unwesentlich durch den Filtrationsprozeß beeinflußt werden.

Im Rahmen seiner Untersuchungen stellte Walla fest, daß für die Bierfiltration im Hinblick auf die Inhaltsstoffe der Filtrate ein Transmembrandruck von 1,5 bar als optimal angesehen werden kann (Dissertation Seite 66). Filtratanalysen haben gezeigt, daß der Gehalt an Stammwürze bei einem Transmembrandruck von 1,5 bar im Vergleich zu höheren oder niedrigeren Transmembrandrücken am höchsten liegt.

Ausgehend von dieser Erkenntnis wurde von Walla versucht, unter Beibehaltung eines konstanten Transmembrandruckes von 1,5 bar die Fluxraten zu erhöhen.

Da die Fluxrate durch die sich auf der Membran ausbildende Deckschicht beeinflußt wird, wurde versucht, diese durch periodische Rückspülung zu beseitigen. Dieses Verfahren hat jedoch den Nachteil, daß mit zunehmender Betriebsdauer die Fluxrate auch zu Beginn, also nach der Rückspülung mit Filtrat niedriger liegt, als beim vorhergehenden Zyklus, was dadurch zu

erklären ist, daß gewisse Adsorptionseffekte eintreten, die zu einer Blockierung der Membrane in begrenztem Rahmen führen.

Darüber hinaus wurde von Walla (s. Dissertation Seite 83) festgestellt, daß trotz Anwendung einer periodischen Rückspülung insbesondere im Verlauf mehrstündiger Filtrationen mittels des Crossflow-Verfahrens die Stammwürze, der scheinbare Extrakt, die Dichte sowie die Schaumstabilität in den Filtraten abnimmt. Im Mittel verringerte sich die Stammwürze der Filtrate um durchschnittlich 0,5 Gew.-% ohne periodische Rückspülung und mit periodischer Rückspülung lag die Veränderung noch bei 0,2 Gew.-%. Der Schaumwert nahm ohne periodische Rückspülung um 21 Schaumpunkte ab und bei Anwendung der periodischen Rückspülung lag die Abnahme immerhin noch bei 6 Schaumpunkten.

Eine weitere Möglichkeit, größere Fluxraten zu erzielen, besteht in einer Steigerung der Überströmungsgeschwindigkeiten (s. Walla, Dissertation, Seite 62ff). Aus den Untersuchungen geht eindeutig hervor, daß aber auch eine hohe Überströmungsgeschwindigkeit auf Dauer keine signifikant höhere Fluxrate erbringt. Die mittlere Leistung nach etwa sechs Stunden Filtrationsdauer beträgt selbst bei einer Geschwindigkeit von 6 m/sec, nur noch 35 L/m<sup>2</sup>.h. Die Ursache hierfür liegt darin, daß selbst bei Anwendung größter Überströmungsgeschwindigkeiten sich ein Aufbau der Deckschicht auf der Membranoberfläche nicht vollständig vermeiden läßt.

Darüber hinaus trägt die sich aufbauende Deckschicht durch Bildung einer sogenannten Sekundärmembran im wesentlichen auch zum Filtrationsergebnis in der Weise bei, daß die Trennschärfe der eigentlichen Membran größer wird. Dies bedeutet, daß selbst dann, wenn Membranen mit großer nomineller Porengröße verwendet werden, sich eine Deckschicht ausbildet, die weit unter der nominellen Porengröße der Membran liegt, so daß wesentliche Inhaltsstoffe aus dem Bier entfernt werden.

Hohe Strömungsgeschwindigkeiten sind aus folgenden Gründen bei der Filtration von Bier jedoch zu vermeiden. Zum einen wird durch die Überströmungspumpen eine enorme Energiemenge in das System eingeschleust, so daß sich die Biere ohne zusätzliche Kühlung sehr schnell erwärmen. Durch die mechanische Belastung der kolloidalen Substanzen im Bier, insbesondere von Glukanen, wird die Filtrierbarkeit der Biere durch das Umpumpen im Crossflow-System durch Gelbildung der  $\beta$ -Glucane ständig schlechter.

Aus der DE 39 36 797 C2 ist ein Verfahren zur Abtrennung von Bier aus einem beim Gärverfahren ausgeschleusten Stoffstrom bekannt, bei dem Keramikmembranen eingesetzt werden, da diese im Gegensatz zu Polymermembranen mit Heißwasser sterilisierbar sind. Diese Keramikmembranen werden in großen Zeitabständen mit einer chemischen Reinigungslösung gespült und in mehreren dazwischenliegenden Reinigungsintervallen mit Heißwasser chemikalienfrei rückgespült. Die Reinigungsintervalle werden erst dann durchgeführt, wenn durch die zunehmende Verblockung der Keramikmembrane eine Abnahme des Filtratflusses eingetreten ist. Dadurch besteht auch bei diesem Verfahren die Gefahr, daß eventuell wesentliche Bestandteile der zu filtrierenden Flüssigkeit durch die Deckschicht herausfiltriert werden, die das analytische Erscheinungsbild des Filtrates beeinträchtigen.

Aus der DE 39 14 956 A1 ist ein Verfahren zur Beschleunigung des Stoffaustausches eines kontinuierlichen Bioreaktors bekannt, bei dem mittels Druckmodulationen die Bildung einer Sekundärschicht auf der Filtrationsmembran verhindert wird. Die Druckänderungen werden in Abhängigkeit der über der Membran gemessenen Druckdifferenz gesteuert, wobei diese an der ausreichenden Versorgung der produzierenden Systeme mit Flüssigkeit und Nährstoffen orientiert werden muß.

In Weinwirtschaft - Technik, 1990, S. 15 - 21 wird empfohlen, immer dann, wenn die Retentattemperatur zu weit ansteigt oder die Filterleistung zu stark absinkt, die Cross-Flow-Filtration zu unterbrechen und einen Reinigungszyklus vorzunehmen.

Aufgabe der Erfindung ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Filtration mittels MF-Modulen bereitzustellen, das bei geringer mechanischer und thermischer Belastung der zu filtrierenden Flüssigkeit eine hohe mittlere Fluxrate ermöglicht, wobei das Filtrat durch die Filtration in seinem analytischen Erscheinungsbild nicht beeinflußt werden soll.

Die Aufgabe wird mit einem Verfahren gemäß den Merkmalen des Patentanspruchs 1 gelöst. Gegenstand der Vorrichtung ist der Patentanspruch 14. Vorteilhafte Ausgestaltungen sind Gegenstand der Unteransprüche.

Die Erfindung geht von der Erkenntnis aus, daß es nicht sinnvoll ist, die Filtration unter Konstanthaltung des für die jeweilige Flüssigkeit optimalen Transmembrandruckes durchzuführen, um sowohl hohe Fluxraten als auch eine hervorragende Filtratqualität zu erzielen.

Dementsprechend wird jeder Filtrationszyklus mit einem niedrigen Transmembrandruck begonnen, der im Laufe des Filtrationszyklusses kontinuierlich ansteigt bis ein bestimmter vorgegebener Wert erreicht ist, der vorzugsweise mit dem für die jeweilige Flüssigkeit optimalen Transmembrandruck übereinstimmt. Für Bier wird daher vorteilhafterweise ein Wert von 1 bis 2 bar, vorzugsweise von 1,5 bar vorgegeben.

Gegen Ende des Filtrationszyklusses, wenn sich der Transmembrandruck dem vorgegebenen Transmembrandruck nähert, fällt wegen der sich unweigerlich ausbildenden Deckschicht auch die Fluxrate mehr oder weniger stark ab, die



jedoch immer noch relativ hoch, in der Regel über 50% des Maximalwertes liegt.

Die Filtration wird vorzugsweise als Cross-Flow-Filtration durchgeführt. Eine statische Filtration, beispielsweise auch unter Verwendung von CMF-Modulen ist ebenfalls möglich.

Trotz der noch hohen Fluxrate wird dann ein Reinigungszyklus durchgeführt, der vorzugsweise eine alkalische Reinigung mit Anwendung von NaOH, KOH und/oder tensidhaltigem Reinigungsmittel umfaßt. Danach muß noch eine Spülung mit Wasser durchgeführt werden.

Vorzugsweise erfolgt vor der alkalischen Reinigung eine Rückspülung mit Wasser. Hierbei empfiehlt es sich, die zu filtrierende Flüssigkeit vor der Wasserrückspülung mittels  $\text{CO}_2$ -Druckgas aus den MF-Modulen herauszudrücken. Anstelle von  $\text{CO}_2$  kann auch  $\text{N}_2$ -Druckgas eingesetzt werden.

Um den Reinigungsprozeß zu beschleunigen, wird vorzugsweise während des Reinigungszyklus eine Überströmung der MF-Module durchgeführt.

Je nach Art der zu filtrierenden Flüssigkeit, insbesondere auch bei Bier, kann vor der Filtration mittels MF-Modulen eine Vorfiltration, beispielsweise mittels eines Separators oder eines Anschwemmfilters durchgeführt werden.

Durch den erfindungsgemäßen diskontinuierlichen Filtrationsprozeß wird die sich ausbildende Deckschicht durch die alkalische Schnellreinigung nahezu vollständig wieder entfernt, so daß während der Filtration nur der nominale Membranporendurchmesser als wirksame Trennschicht arbeitet. Die qualitätserhaltenden Bierinhaltsstoffe können so die Membran mühelos permeieren.

Wenn das Verfahren zur Filtration von Bier eingesetzt wird, wird das Filtrationsverfahren, vorzugsweise CMF-Filtrationsverfahren, nach Filtrationszeiten von 1 bis 4 Std. unterbrochen, das Bier aus der CMF-Anlage mit  $\text{CO}_2$  herausgedrückt, die Anlage mit Wasser vorgespült und anschließend die alkalische Zwischenreinigung bei Temperaturen von 40 - 90°C durchgeführt. Nach dem alkalischen Reinigungsvorgang wird die Anlage mit Wasser gespült, welches ebenfalls mit  $\text{CO}_2$  aus der Anlage herausgedrückt wird und anschließend wird die Anlage wieder mit Bier befüllt. Durch diese Verfahrensweise ist es möglich, daß die für die CMF-Technologie typischen hohen Fluxleistungen während der ersten Filtrationsphase zyklisch ausgenutzt werden können. Wendet man die zyklische Reinigung nach 1 bis 4 Stunden an, werden Fluxraten trotz der Filtrationsunterbrechung erzielt, welche um nahezu 100% über den bisher erzielten Fluxraten bei einem kontinuierlichen CMF-Filtrationsprozeß liegen.

Wurden im kontinuierlichen CMF-Filtrationsprozeß mit Filtrationszeiten von bis zu 8 Stunden ohne Unterbrechungen im Mittel nur 20 bis 30  $\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$  erzielt, können mit der neuartigen Verfahrensweise Fluxleistungen von bis zu 100  $\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}$  erreicht werden, und zwar dies bei gleicher Zeitdauer.

Überraschend war, daß die hohen Fluxraten auch mit geringer Überströmungsgeschwindigkeit erzielt wurden. Vorzugsweise liegen die Überströmungsgeschwindigkeiten bei  $< 2,5 \text{ m/s}$ . Der Vorteil der geringen Überströmungsgeschwindigkeiten, die auch den statischen Betrieb der MF-Module mit einschließt, liegt darin, daß die zu filtrierende Flüssigkeit mechanisch und thermisch nur gering belastet wird.

Weiterhin war es überraschend, daß das analytische Erscheinungsbild der Biere sich nicht verändert hat. Besonders ein analytisches Merkmal des Bieres, nämlich die Stammwürze, wird nicht beeinflusst. Die Analysenwerte der filtrierten Biere unterscheiden sich nicht von den unfiltrierten Produkten. Auch

die Schaumstabilität der Biere wird durch den diskontinuierlichen MF-Prozeß nicht negativ beeinflusst.

Die Vorrichtung, die mit allen gängigen Filtrations-Modultypen, insbesondere Cross-Flow-Modultypen, vorzugsweise mit Kapillar-Flachmodulen ausgestattet ist, besitzt eine Meßeinrichtung zur Erfassung des Transmembrandruckes. Weiterhin weist die MF-Filtrationsanlage eine Steuereinrichtung auf, an die die Meßeinrichtung für den Transmembrandruck angeschlossen ist. Die Steuereinrichtung unterbricht jeweils bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandruckes die Filtration und setzt eine Reinigungseinrichtung mit einem vorgegebenen Reinigungsprogramm in Gang. Nach Abschluß des Reinigungszyklusses wird von der Steuereinrichtung die Filtration fortgesetzt. Zweckmäßigerweise steuert die Steuereinrichtung die entsprechenden Ventile in den Leitungen der MF-Filtrationsanlage.

Die Steuereinrichtung ist vorzugsweise zur Eingabe eines vorgegebenen Transmembrandruckes ausgebildet, so daß jeweils die für die jeweilige zu filtrierende Flüssigkeit optimalen Transmembrandrücke vorgegeben werden können.

Die MF-Module besitzen vorzugsweise Membranen mit einer nominalen Porengröße von 0,2 bis 5  $\mu\text{m}$ . Als Membrane werden vorzugsweise Polymermembranen eingesetzt. Der Einsatz von Polymer- oder Metallvliesen ist ebenfalls möglich.

Beispielhafte Ausführungsformen der Erfindung werden nachfolgend anhand der Zeichnungen erläutert.

Es zeigen:

Figur 1      eine schematische Darstellung der Filtrationsanlage,

Figur 2 ein Diagramm, in dem die Fluxrate und der Transmembrandruck in Abhängigkeit von der Zeit für ein Bier A aufgetragen ist,

Figur 3 ein der Figur 2 entsprechendes Diagramm für ein Bier B und

Figur 4 ein der Figur 2 entsprechendes Diagramm für ein Bier C.

In der Figur 1 ist eine Mikrofiltrationsanlage dargestellt, die einen Vorlagetank 1 aufweist, aus dem über eine Speisepumpe 2 und zwei Umwälzpumpen 4 in der Zuführleitung 13 das zu filtrierende Bier mehreren parallel geschalteten MF-Modulen 5 zugeführt wird.

Das Konzentrat verbleibt in der Anlage oder aber wird über eine Konzentratleitung 14 abgeführt und das Filtrat wird in einer Filtratleitung 15 gesammelt, die durch ein Ventil 12 geschlossen werden kann. Durch den wahlweisen Betrieb der Umwälzpumpen 4 ist sowohl eine statische als auch eine dynamische Filtration, also eine Cross-Flow-Filtration möglich.

Die Mikrofiltrationsanlage weist auch eine Reinigungseinrichtung auf, die im wesentlichen einen Reinigungsbehälter 6 zur Aufnahme des chemischen Reinigungsmittels und des Rückspülwassers aufweist. Dieser Reinigungsbehälter 6 ist über eine Reinigungsleitung 16 sowie eine Wasserleitung 18 mit der Zuführleitung 13 verbunden. Nach dem Öffnen des Ventils 9 kann das chemische Reinigungsmittel der Speisepumpe 2 zugeführt und somit in die MF-Module 5 gefördert werden.

Ferner ist die Anlage mit Druckmeßeinrichtungen 3 ausgestattet. Die Drücke im Unfiltrat- und Filtratraum werden fortlaufend erfaßt und einer Steuereinrichtung 7 übermittelt. Diese Steuereinrichtung berechnet fortlaufend aus den Einzelwerten den Transmembrandruck und vergleicht ihn mit dem voreingestellten Wert.

Beim Erreichen des voreingestellten Transmembrandruckes unterbricht die Steuereinrichtung 7 die Filtration und setzt den Reinigungszyklus in Gang. Zu diesem Zweck ist die Steuereinrichtung mit den Ventilen 8-12, 19-22 und den Pumpen 2, 4 (Verbindung nicht dargestellt) verbunden. Wenn die Filtration unterbrochen wird, wird zunächst zur Entleerung der Anlage Ventil 8 geschlossen und Ventil 20 geöffnet.

Nach dem Leerdrücken der Anlage werden die Ventile 12, 20 und 19 geschlossen sowie die Ventile 21, 11 und 22 geöffnet. Nach dem Starten der Speisepumpe 2 werden die MF-Module 5 entgegen der Filtrationsrichtung mit Wasser gespült. Hieran schließt sich die chemische Reinigung der Anlage an. Es werden hierzu die Ventile 22, 21 und 11 geschlossen sowie die Ventile 19, 9 und 10 geöffnet.

Zum Abschluß der chemischen Reinigung wird die Reinigungsflüssigkeit nach Schließen des Ventils 9 und Öffnen von Ventil 11 aus der Anlage verdrängt. Das Wasser wird nach dem Schließen von Ventil 11 und Öffnen von Ventil 20 aus der Anlage entfernt. Nach Abschluß des Reinigungszyklusses werden die Ventile 20 und 10 geschlossen sowie die Ventile 8 und 12 wieder geöffnet.

Mittels der soeben beschriebenen Filtrationsanlage wurden die nachfolgenden Versuche durchgeführt.

Die Filtrationsanlage war mit insgesamt vier Filtrationsmodulen bestückt, die dauerhydrophilen Membranen mit einer Porengröße von 0,45 µm enthielten. Die gesamte Membranfläche betrug 20,0 m<sup>2</sup>. Die Überströmungsgeschwindigkeit betrug 2,5 m/s.

Der vorgegebene Transmembrandruck wurde auf 1,7 bar eingestellt und es wurden zwei Filtrationszyklen innerhalb von 7,5 Std. durchgeführt, die durch einen Reinigungszyklus von etwa 1/2 Stunde unterbrochen sind. Das Ergebnis

ist in der Figur 2 dargestellt, in der die Fluxrate und der Transmembrandruck in Abhängigkeit der Zeit dargestellt sind.

Der Transmembrandruck beginnt bei etwa 0,25 bar und steigt dann bis zu dem vorgegebenen Transmembrandruck von etwa 1,7 bar an. Sobald dieser Transmembrandruck erreicht ist, wird der Filtrationsvorgang abgeschaltet und der Reinigungszyklus durchgeführt. Wie aus der Figur 2 zu entnehmen ist, ist die Fluxrate zu Beginn des zweiten Filtrationszyklusses gleich hoch wie zu Beginn des ersten Filtrationszyklusses. Die Fluxrate ist während des ersten Zyklusses über einen Zeitraum von 2 Stunden konstant und fällt dann erst ab, wobei am Ende des ersten Filtrationszyklusses die Fluxrate noch bei 60% des Ausgangswertes liegt. Beim zweiten Filtrationszyklus fällt die Fluxrate bereits nach einer Stunde ab, wird dann aber über einen Zeitraum von etwa 1,5 Stunden konstant gehalten. Die mittlere Fluxrate liegt bei diesem Beispiel bei  $75 \text{ L/m}^2 \cdot \text{h}$ .

Die Analysenwerte sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellt.

Tabelle

	I	II	III	IV
Farbe EBC	6,0	6,1	6,0	5,7
pH	4,20	4,21	4,19	4,21
Bitterwert EBC	32	32	32	32
FDM mg/l	88	101	92	101
Extrakt scheinbar %	1,52	1,52	1,52	1,51
Extrakt wirklich %	3,35	3,35	3,37	3,35
Alkohol Gew.-%	4,00	4,00	4,07	4,04
Alkohol Vol.-%	5,08	5,08	5,18	5,13
Stammwürze %	11,18	11,19	11,30	11,17
Vergärungsgrad scheinb. %	86,41	86,42	86,55	86,49
Vergärungsgrad wirklich %	70,07	70,06	70,17	70,11
Brennwert kcal/100 g	41	41	42	42
Brennwert kJ/100 g	173	173	176	174
Schaum nach NIBEM sec	290	310	315	270
Schwefeldioxid mg/l	7	8	8	8

- I Zentrifuge Auslauf
- II Cross-Flow-Auslauf
- III Cross-Flow-Auslauf (2. Filtrationszyklus)
- IV Stand der Technik/Auslauf-Schichten

Da zusätzlich eine Vorfiltration mittels einer Zentrifuge (in Figur 1 nicht dargestellt) durchgeführt wurde, sind in der Spalte I die Analysenwerte am Auslauf der Zentrifuge aufgeführt, die somit die Werte des Unfiltrates für die CMF-Filtration darstellen. In der Spalte II sind die Analysenwerte nach dem ersten Filtrationszyklus und in Spalte III nach dem zweiten Filtrationszyklus aufgeführt. Zum Vergleich sind in Spalte IV die Analysenwerte nach der herkömmlichen Filtration mit einem Schichtenfilter zusammengestellt.

Aus dem Vergleich der Zahlenwerte ist zu erkennen, daß z.B. die Farbe EBC besser ist, als nach der Filtration gemäß des Standes der Technik. Der Gehalt der Stammwürze hat sich gegenüber dem Gehalt im Unfiltrat nicht verändert. Die Schaumwerte liegen gegenüber der Spalte IV deutlich höher und sind ebenfalls mit dem Wert des Unfiltrates vergleichbar.

In der Figur 3 ist ein Diagramm mit drei Filtrationszyklen dargestellt, wobei die Filtration mit einem anderen Biertyp (Pils-Bier) durchgeführt wurde. Hier lag die mittlere Fluxrate bei  $54 \text{ L/m}^2\cdot\text{h}$ . Die Analysenwerte nach den Filtrationszyklen waren mit den aus der Tabelle vergleichbar. Gleiches gilt auch für die Figur 4, aus der die Fluxraten und die Transmembrandrücke bei einem dritten Bier Bierfiltrationsversuch dargestellt sind.



## Bezugszeichen:

1	Unfiltrat
2	Speisepumpe
3	Meßeinrichtung
4	Umwälzpumpe
5	MF-Module
6	Reinigungsbehälter
7	Steuereinrichtung
8	Ventil Unfiltratzuführleitung
9	Ventil Reinigungsflüssigkeit
10	Ventil Ablauf Filtratseite
11	Ventil Wasser
12	Ventilfiltrat
13	Zuführleitung
14	Konzentratleitung
15	Filtratleitung
16	Reinigungsleitung
17	Druckgasleitung
18	Wasserleitung
19	Ventil Zufuhr Konzentratraum
20	Ventil Druckgas
21	Ventil Zufuhr Filtratraum
22	Ventil Ablauf Konzentratseite

**Patentansprüche:**

1. Verfahren zur Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Suspensionen, wie Bier, mittels MF-Modulen, bei dem sich Filtrationszyklen und Reinigungszyklen abwechseln, wobei während der Filtration der Transmembrandruck laufend gemessen wird, dadurch gekennzeichnet,  
  
daß der Reinigungszyklus immer dann durchgeführt wird, wenn der Transmembrandruck einen vorgegebenen Wert übersteigt, der gleich dem für die jeweils zu filtrierende Flüssigkeit hinsichtlich ihres analytischen Erscheinungsbildes optimalen Transmembrandruck gewählt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der vorgegebene Transmembrandruck so gewählt wird, daß bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandruckes die Fluxrate noch oberhalb ihres halben Maximalwertes liegt.
3. Verfahren zur Filtration von Bier nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der vorgegebene mittlere Transmembrandruck auf 1 bis 2 bar eingestellt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der vorgegebene Wert des Transmembrandruckes auf 1,5 bar eingestellt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Fluxrate zumindest während eines Zeitabschnittes des jeweiligen Filtrationszyklus konstant gehalten wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß der Reinigungszyklus eine alkalische Reinigung mit Anwendung von NaOH, KOH und/oder tensidhaltigem Reinigungsmittel umfaßt, an den sich eine Spülung mit Wasser anschließt.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß vor der alkalischen Reinigung eine Wasserrückspülung erfolgt.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die zu filtrierende Flüssigkeit vor der Wasserrückspülung mittels CO<sub>2</sub>- oder N<sub>2</sub>- Druckgas aus den MF-Modulen herausgedrückt wird.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß während des Reinigungszyklusses eine Überströmung der MF-Module durchgeführt wird.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß vor der Filtration mittels MF-Modulen eine Vorfiltration durchgeführt wird.
11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorfiltration mittels eines Separators oder eines Anschwemmfilters durchgeführt wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß eine Cross-Flow-Filtration durchgeführt wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module während der Filtration statisch filtrieren.
14. Mikro-Filtrationsanlage mit mehreren in Reihe und parallel geschalteten MF-Modulen, einer Einrichtung zur Reinigung der MF-Module und mit einer Meßeinrichtung zur Erfassung des Transmembrandruckes dadurch gekennzeichnet, daß die Meßeinrichtung (3) an eine Steuereinrichtung (7) angeschlossen ist, welche jeweils bei Erreichen des vorgegebenen Transmembrandruckes den Filtrationsvorgang unterbricht und den Reinigungszyklus in Gang setzt.
15. Anlage nach Anspruch 14, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuereinrichtung (7) zur Eingabe eines vorgegebenen Transmembrandruckes so ausgebildet ist, daß auch mehrere Filtrationsblöcke, welche im wechselseitigen Filtrations- und Reinigungsbetrieb einen kontinuierlichen Filtrationsvorgang gewährleisten, angesteuert werden.
16. Anlage nach einem der Ansprüche 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module (5) Membrane mit einer Porengröße von 0,2 bis 5  $\mu\text{m}$  aufweisen.
17. Anlage nach einem der Ansprüche 14 bis 16, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module (5) Polymermembrane, Polymervliese oder Metallvliese aufweisen.
18. Anlage nach einem der Ansprüche 14 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die MF-Module (5) Flach-, Hohlfasern-, Kapillar-, Rohr- oder Spiralwickelmodule sind.

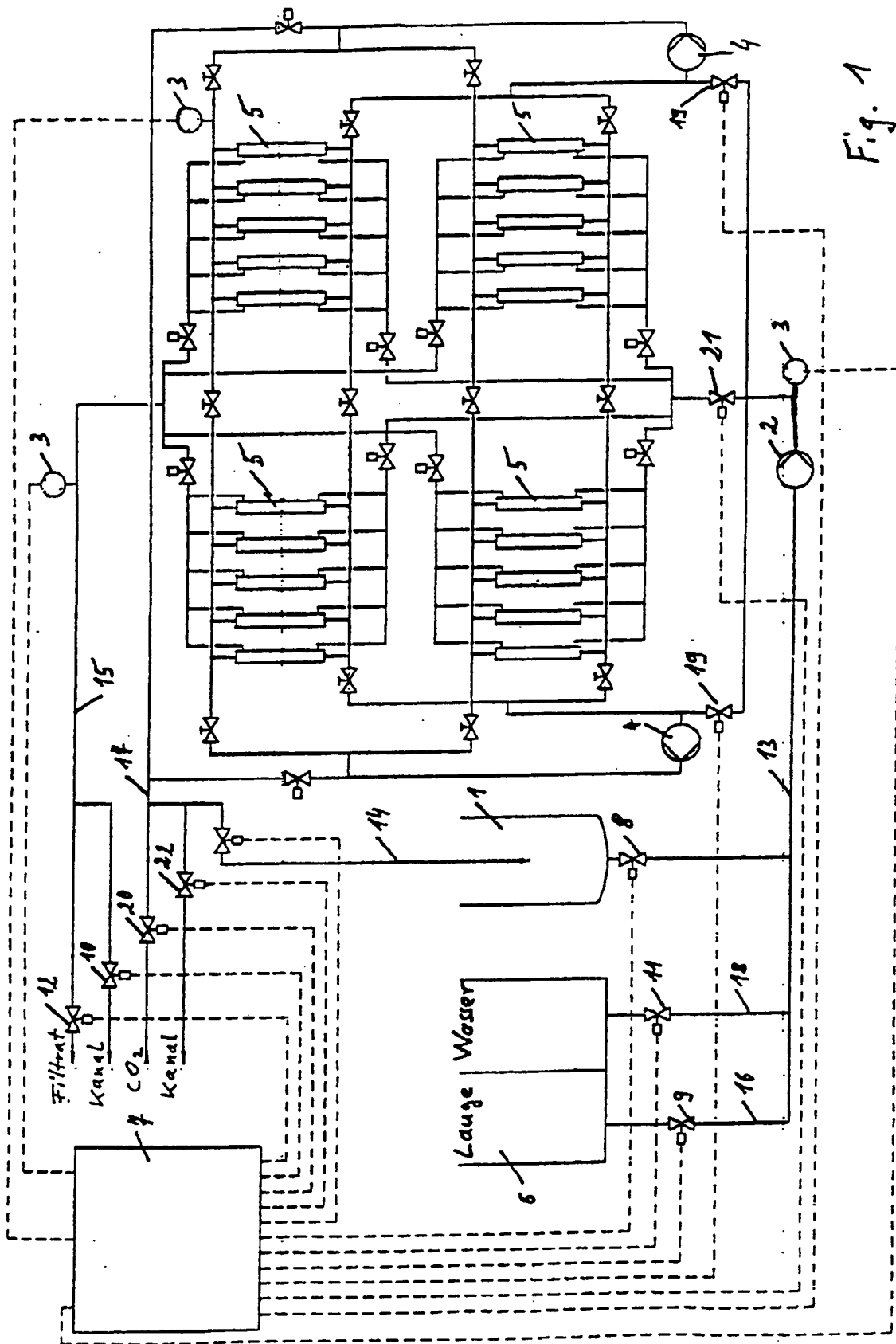


Fig. 1

# Filtration von Bier A

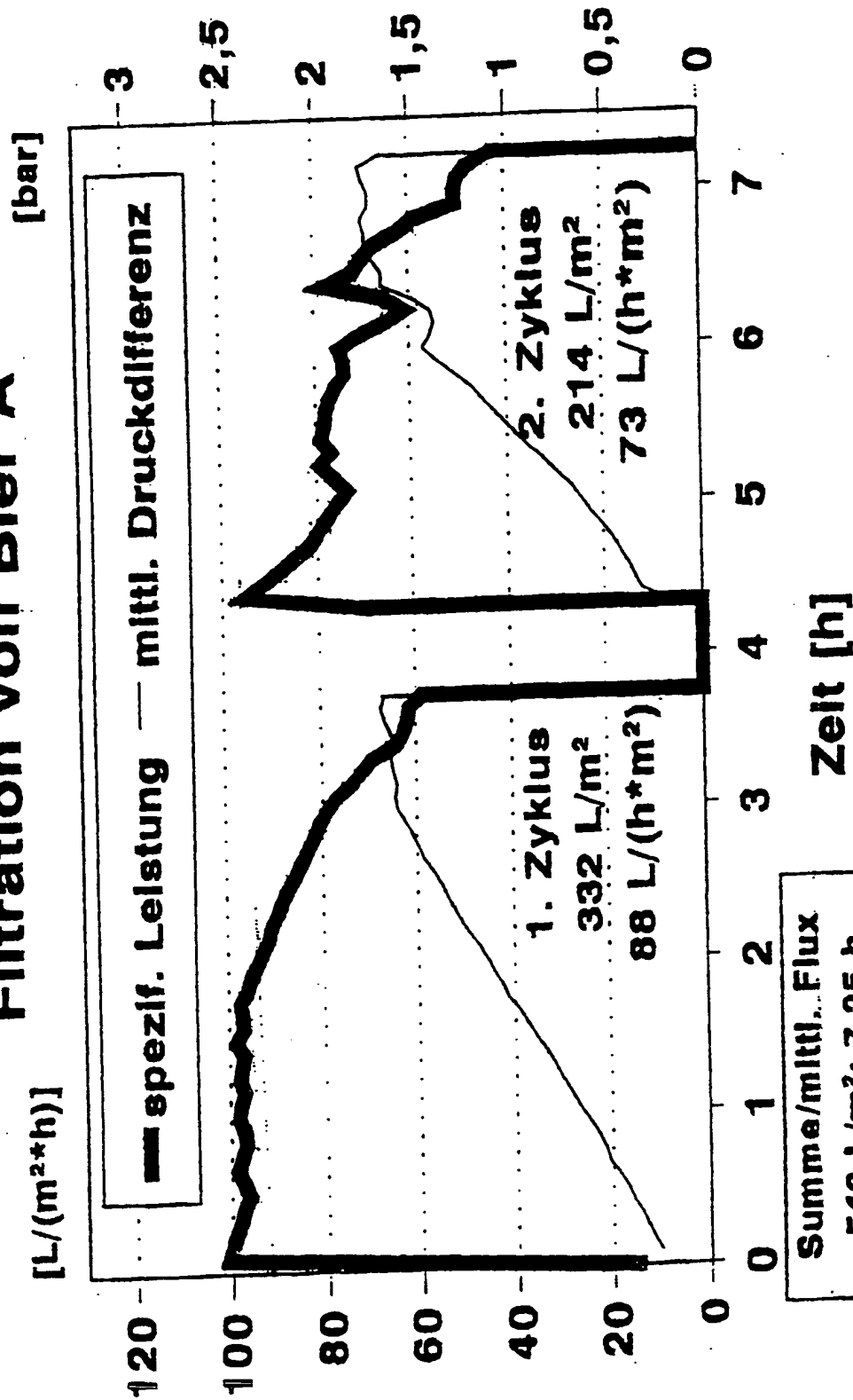


Fig. 2

# Filtration von Bier B

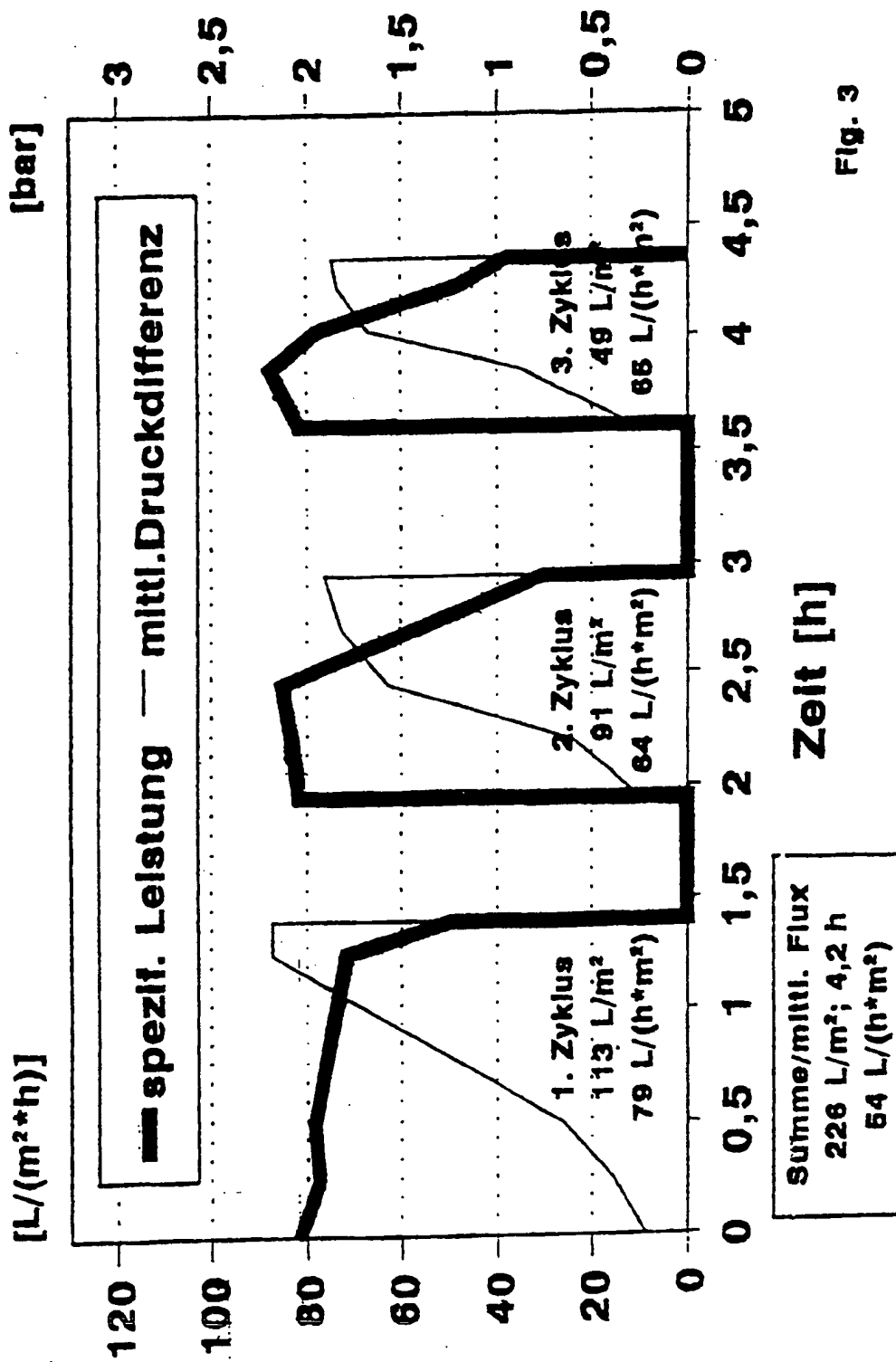


Fig. 3

# Filtration von Bier C

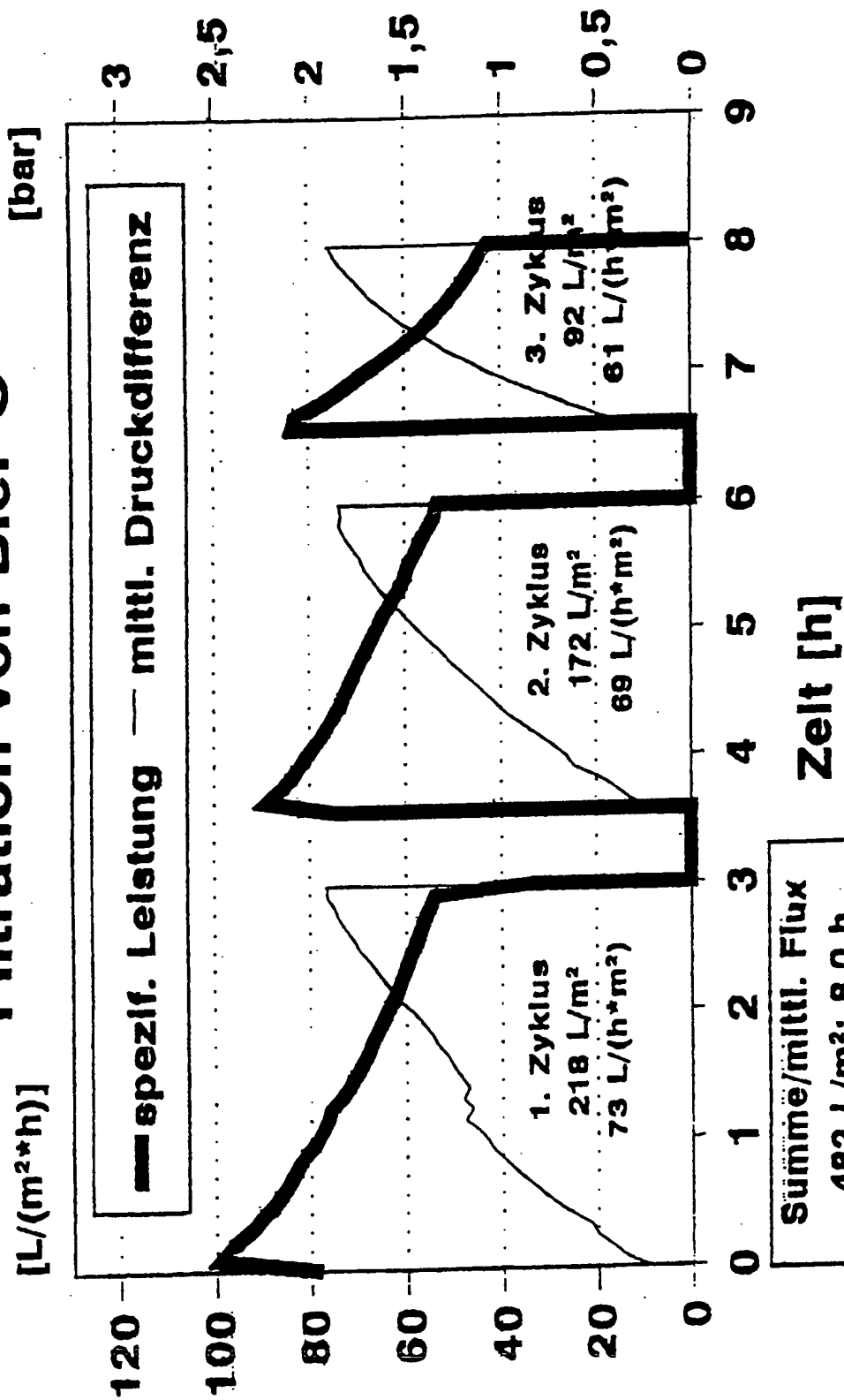


Fig. 4



<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 6    B01D65/02    B01D61/22    C12G3/08    C12H1/06		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6    B01D    C12G    C12H		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	EP,A,0 076 665 (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND CO.) 13 April 1983 in particular page 7, lines 15-22 ---	1
A,P	DE,A,42 27 225 (WISSENSCHAFTSFÖRDERUNG DER DEUTSCHEN BRAUWIRTSCHAFT E.V.) 24 February 1994 ---	
A	DE,A,42 04 708 (FUJI PHOTO FILM CO., LTD.) 20 August 1992 ---	
A	EP,A,0 208 450 (APV INTERNATIONAL LTD.) 14 January 1987 ---	
A	FR,A,2 674 448 (LYONNAISE DES EAUX-DUMEZ S.A.) 2 October 1992 -----	
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : <div style="display: flex; justify-content: space-between;"> <div style="width: 45%;"> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </div> <div style="width: 45%;"> <p>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention</p> <p>"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone</p> <p>"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> </div> </div>		
Date of the actual completion of the international search  <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">13 December 1994</div>		Date of mailing of the international search report  <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">21. 12. 94</div>
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax (+ 31-70) 340-3016		Authorized officer  <div style="text-align: center; font-size: 1.2em;">Devisme, F</div>

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0076665	13-04-83	AU-B- 560493	09-04-87
		AU-A- 8894182	14-04-83
		CA-A- 1199878	28-01-86
		JP-B- 3047869	22-07-91
		JP-A- 58067260	21-04-83
		US-A- 4753733	28-06-88
DE-A-4227225	24-02-94	NONE	
DE-A-4204708	20-08-92	JP-A- 4317723	09-11-92
		US-A- 5221479	22-06-93
		JP-A- 5057149	09-03-93
EP-A-0208450	14-01-87	GB-A- 2176715	07-01-87
		AU-A- 5898586	08-01-87
		JP-A- 62003782	09-01-87
FR-A-2674448	02-10-92	JP-A- 5184885	27-07-93

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 6 B01D65/02 B01D61/22 C12G3/08 C12H1/06

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 B01D C12G C12H

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	EP,A,0 076 665 (E.I. DU PONT DE NEMOURS AND CO.) 13. April 1983 INSBESONDERES SEITE 7, ZEILE 15-22 ---	1
A,P	DE,A,42 27 225 (WISSENSCHAFTSFÖRDERUNG DER DEUTSCHEN BRAUWIRTSCHAFT E.V.) 24. Februar 1994 ---	
A	DE,A,42 04 708 (FUJI PHOTO FILM CO., LTD.) 20. August 1992 ---	
A	EP,A,0 208 450 (APV INTERNATIONAL LTD.) 14. Januar 1987 ---	
A	FR,A,2 674 448 (LYONNAISE DES EAUX-DUMEZ S.A.) 2. Oktober 1992 -----	



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

## \* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

- \*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- \*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- \*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- \*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- \*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

13. Dezember 1994

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

21. 12. 94

Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Devisme, F

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP-A-0076665	13-04-83	AU-B- 560493	09-04-87
		AU-A- 8894182	14-04-83
		CA-A- 1199878	28-01-86
		JP-B- 3047869	22-07-91
		JP-A- 58067260	21-04-83
		US-A- 4753733	28-06-88
-----			
DE-A-4227225	24-02-94	KEINE	
-----			
DE-A-4204708	20-08-92	JP-A- 4317723	09-11-92
		US-A- 5221479	22-06-93
		JP-A- 5057149	09-03-93
-----			
EP-A-0208450	14-01-87	GB-A- 2176715	07-01-87
		AU-A- 5898586	08-01-87
		JP-A- 62003782	09-01-87
-----			
FR-A-2674448	02-10-92	JP-A- 5184885	27-07-93
-----			